

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005019

International filing date: 18 March 2005 (18.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-081328  
Filing date: 19 March 2004 (19.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 14 April 2005 (14.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

22. 3. 2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 1 9 日

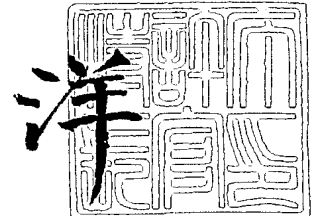
出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 8 1 3 2 8  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 4 - 0 8 1 3 2 8 ]

出 願 人  
Applicant(s): 花王株式会社

2 0 0 5 年 1 月 3 1 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P04-007800  
【提出日】 平成16年 3月19日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 A61K 7/00  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 吉田 健介  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 奥田 真介  
【発明者】  
    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 中村 杉子  
【発明者】  
    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 南部 博美  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000000918  
    【氏名又は名称】 花王株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100078732  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 大谷 保  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100081765  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 東平 正道  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100089185  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 片岡 誠  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100119666  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 平澤 賢一  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 003171  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1

**【書類名】特許請求の範囲****【請求項 1】**

不揮発成分 (A) を 10 質量%以上、および揮発成分 (B) を 30 質量%以上含有し、成分 (A) 中に下記 (i) 及び (ii) の特性を有する皮膜形成性ポリマーを含有する常温で固体の不揮発成分 (a-1) を 70 質量%以上と、常温で液体の不揮発成分 (a-2) を 30 質量%以下含み、かつ前記皮膜形成性ポリマーを全化粧料中に 0.5~15 質量%含有するまつ毛用化粧料。

(i) 成膜試験において、皮膜硬度が鉛筆硬度 2B となった時から、完全に乾燥するまでのポリマー占有分変化率 ( $\Delta W$ ) が 13 質量%以上である。

(ii) 重量平均分子量が 5 千~200 万である。

**【請求項 2】**

皮膜形成性ポリマーの重量平均分子量が、2 万~100 万である請求項 1 記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 3】**

皮膜形成性ポリマーが、ビニル単量体を重合して得られるポリマーである請求項 1 又は 2 に記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 4】**

皮膜形成性ポリマーが、反応性ビニル基を持つ有機酸及びその塩を含有するモノマーを重合させてなるポリマーである請求項 1~3 のいずれかに記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 5】**

反応性ビニル基を持つ有機酸及びその塩が、メタクリル酸、スチレンスルホン酸、及びこれらの塩から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 4 記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 6】**

(A) 成分として、さらに針入度が 8 以上のワックスを含む請求項 1~5 のいずれかに記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 7】**

(A) 成分として、さらに平均粒径 0.1~20  $\mu\text{m}$  の粉体又はその水分散液を含む請求項 1~6 のいずれかに記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 8】**

揮発成分 (B) 中に、水及び炭素数 1~4 の低級アルコールを含有し、水中油型乳化組成物を形成する請求項 1~7 のいずれかに記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 9】**

幅 2 cm、長さ 5 cm、厚さ 75  $\mu\text{m}$  のポリエチレンテレフタレートフィルムの、幅方向の中心部に 4 mm 幅で、長さ方向に 0.4 g 塗布し、23℃、相対湿度 60% の条件下で 3 時間乾燥することにより、該ポリエチレンテレフタレートフィルムの屈曲角度が 5 度以上を示す請求項 1~8 のいずれかに記載のまつ毛用化粧料。

**【請求項 10】**

請求項 1~9 のいずれかに記載のまつ毛用化粧料を、まつ毛の上面に選択的に付着させる化粧料の使用。

【書類名】明細書

【発明の名称】まつ毛用化粧料

【技術分野】

【0001】

本発明は、皮膜形成性ポリマーを含有するまつ毛用化粧料であって、使用時にダマが発生することがなく、まつ毛に良好なカール効果を与える化粧料に関する。

【背景技術】

【0002】

目元を際立たせるというマスカラの化粧効果を高めるために、まつ毛を上向きにカールする性能、つまりカールアップ効果は非常に重要である。従来、カールアップ効果を高めるためには、マスカラバルクの乾燥速度を速めて塗布中にマスカラを乾燥させることにより、ブラシで持ち上げたまつ毛を下がりにくくしてカールした状態を保持するという手法が用いられてきた。乾燥速度の速いマスカラバルクを得るためには、速乾性の皮膜形成剤を用いたり、揮発速度の速い溶媒を用いたりする方法が一般的であった。

しかしながら、このように速乾性を利用する方法では、塗布中にマスカラが皮膜を形成するために、重ね塗りにより仕上がりが著しく損なわれることが多い。すなわち、塗布中に乾燥してしまうためにダマが発生することがあった。

【0003】

そこで、特定の皮膜形成性ポリマーを使用し、種々の固体粒子の組み合わせにより、まつ毛に良好なカールを与えるためのマスカラが提案されている。例えば、特許文献1では、角質層の1%を越える収縮を起こす皮膜形成性ポリマーと高硬度のワックスの組み合わせにより、カール効果とまつ毛を濃くする効果を発揮するマスカラを提供している。また、特許文献2～5では、ケラチン性物質に接着可能なポリマーと、それ以外のポリマー粒子やワックス等との組み合わせにより、カール効果を与えるマスカラを提供している。

しかしながら、依然として使用時にダマが発生しやすいという問題があった。

【0004】

【特許文献1】特開平11-255619号公報

【特許文献2】特開2003-55136号公報

【特許文献3】特開2003-55156号公報

【特許文献4】特開2003-55157号公報

【特許文献5】特開2003-55158号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の課題は、重ね塗りをしても使用時にダマが発生することなく、まつ毛に良好なカール効果を与えるまつ毛用化粧料を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者は、特定収縮性を有する皮膜形成性ポリマーと、揮発成分を併用したまつ毛用化粧料が、使用時にダマが発生しにくい上、まつ毛に良好なカール効果を与えることを見出した。

すなわち、本発明は、不揮発成分(A)を10質量%以上、および揮発成分(B)を30質量%以上含有し、成分(A)中に下記(i)及び(ii)の特性を有する皮膜形成性ポリマーを含有する常温で固体の不揮発成分(a-1)を70質量%以上と、常温で液体の不揮発成分(a-2)を30質量%以下含み、かつ前記皮膜形成性ポリマーを全化粧料中に0.5～15質量%含有するまつ毛用化粧料を提供するものである。

(i) 成膜試験において、皮膜硬度が鉛筆硬度2Bとなった時から、完全に乾燥するまでのポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )が13質量%以上である。

(ii) 重量平均分子量が5千～200万である。

【発明の効果】

## 【0007】

本発明のまつ毛用化粧料は、重ね塗りをしても使用時にダマが発生することなく、まつ毛に良好なカール効果を与えることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

## 【0008】

本発明のまつ毛用化粧料は、不揮発性成分(A) 10質量%以上と揮発性成分(B)を30質量%以上含むまつ毛用化粧料である。このうち、不揮発成分(A)は、常温で固体の不揮発成分(a-1)と、常温で液体の不揮発成分(a-2)から構成される。ここで、不揮発成分とは、常温(25℃)、常圧で40Pa未満の蒸気圧を有する化合物をいう。

常温で固体の不揮発成分(a-1)としては、後に詳述する成膜試験において、皮膜硬度が鉛筆硬度2Bとなった時(以下、この時点「固化時」という)から、完全に乾燥するまで(以下、この時点「乾燥時」という)のポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )が13%以上である皮膜形成性ポリマーを含有するものである。皮膜形成性ポリマーのポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )が13%以上であると、固化時において、該皮膜形成性ポリマーが揮発性溶媒を比較的多量に含有することができる。そのため、該ポリマーを含有するまつ毛用化粧料は、塗りやすく、重ね塗りをしてもダマが発生することがない。そして、該まつ毛用化粧料を、まつ毛に塗布し皮膜を形成する際の、固化時から乾燥時までの乾燥に伴う皮膜の体積収縮によりまつ毛を効果的にカールさせると考えられる。

ポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )の上限については、皮膜形成性ポリマーの含有量を調整することで、まつ毛等のカールの程度を適度にコントロールでき、まつ毛のカールが大きくなりすぎることがない点で、35%以下が好ましい。さらに適度なカール効果を有するためには15~30%であることが好ましい。

ここでポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )及び鉛筆硬度は、以下の方法により特定あるいは測定されるものである。

## 【0009】

(ポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )の定義(成膜試験))

測定対象となるポリマーを、加熱水(80℃)中にて溶解した後に室温(25℃)まで放冷してポリマー溶液とし、これをガラス板上にアプリケーションで250 $\mu$ mの厚さに塗布して、ポリマー展開ガラス板を2枚作成する。この際、ポリマー濃度とポリマー溶液の塗布量から、ポリマーの含有量 $W_{p-i}$ (g)を算出しておく。

次に、2枚のポリマー展開ガラス板を23℃、相対湿度65%の条件下で乾燥させる。1枚のポリマー展開ガラス板で、乾燥に伴う質量変化による固形分を算出し、もう1枚のポリマー展開ガラス板で、被膜硬度を鉛筆硬度法により測定する。被膜の鉛筆硬度が2Bになった時(固化時)の塗布膜の質量( $W_{t-2B}$ )、及び質量変化が50分以上見られなくなった時点完全に乾燥したとし(乾燥時)、その時の塗布膜の質量( $W_{t-d}$ )を測定する。固化時及び乾燥時、各々の時点でのポリマー含有率(%)を下記式で算出し、その差をポリマー占有分変化率( $\Delta W$ )と定義する。

$$X_a = (W_{p-i} / W_{t-2B}) \times 100$$

$$Y_a = (W_{p-i} / W_{t-d}) \times 100$$

$$\Delta W = Y_a - X_a$$

$X_a$ ; 固化時のポリマー含有率(%)

$Y_a$ ; 乾燥時のポリマー含有率(%)

## 【0010】

(鉛筆硬度の測定方法)

JIS K 5400に準拠して行った。条件としては、ポリマー溶液をガラス板上にアプリケーションで250 $\mu$ mの厚さに塗布して、23℃、相対湿度65%の条件下で乾燥させた後に、水平の塗膜面に鉛筆(固定角度45°、荷重750g)を押しつけることにより鉛筆硬度を測定した。

## 【0011】

また、本発明に係る皮膜形成性ポリマーは、適度な塗布のしやすさを有し、かつ十分なカール効果を得るために重量平均分子量が5千～200万であることが好ましい。重量平均分子量が、5千未満であると十分なカール効果が得られず、200万以上であると使用感が低下する。使用感とカール効果のかねあいより、2万～100万であることがさらに好ましく、特に5万～30万であることが好ましい。

#### 【0012】

また皮膜形成性ポリマーの種類としては、例えば、アクリル系（共）重合体などのビニル系（共）重合体、ポリウレタン、アクリルポリウレタン、ポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタンなどのウレタン類等が好適に挙げられる。

これらのうち、特にビニル系（共）重合体としてはビニル単量体を重合して得られる共重合体が好ましく、中でも反応性ビニル基を持つ有機酸及びその塩を含有するモノマーを重合させてなるポリマーが好ましい。

#### 【0013】

反応性ビニル基を持つ有機酸は、分子内に反応性ビニル基を1個以上かつ酸性基を1個以上有する水溶性の有機酸である。具体的には、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、マレイン酸等の不飽和カルボン酸モノマー；スチレンスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、3-スルホプロピル（メタ）アクリル酸エステル、ビス（3-スルホプロピル）イタコン酸エステル、ビニルスルホン酸等の不飽和スルホン酸モノマー；ビニルホスフェート、ビス（（メタ）アクリロキシエチル）ホスフェート、ジフェニル-2-（メタ）アクリロキシエチルホスフェート、ジブチル-2-（メタ）アクリロキシエチルホスフェート、ジオクチル-2-（メタ）アクリロキシエチルホスフェート等の不飽和リン酸モノマー等が挙げられ、これらは1種単独で、又は2種以上を混合して用いることができる。

また、反応性ビニル基を持つ有機酸の塩としては、上記有機酸のアルカリ金属（Na、K等）の塩、アンモニウム塩等が挙げられる。

上記反応性ビニル基を持つ有機酸及びその塩を含有するモノマーのうち、まつ毛に対するカール効果を高める観点から、不飽和カルボン酸モノマー及びその塩、又は不飽和スルホン酸モノマー及びその塩が好ましく、酸性度の比較的低い不飽和カルボン酸モノマーのうち、ポリマーの酸性度が低いメタクリル酸及びその塩、及びスチレンスルホン酸及びその塩が好ましい。特に、ポリメタクリル酸、ポリスチレン酸ナトリウムが好ましく、特にポリメタクリル酸では分子量2～30万、更に分子量5～20万、ポリスチレン酸ナトリウムでは分子量5～100万、更に10～50万のものが好ましい。

#### 【0014】

本発明のメイクアップ化粧品において、上記皮膜形成性ポリマーの含有量は、全化粧品中に0.5～15質量%含有することにより重ね塗りをしていてもダマが発生せず、かつカールアップ効果を発現することができる。0.5質量%以下ではカール効果が不十分で、反対に15質量%以上では使用感が低下してしまう。ダマの発生を低減し、使用感とカール効果を十分に期待できる点より、特に1～10質量%、さら2～6質量%の範囲で含有することが好ましい。

#### 【0015】

本発明では、常温で固体の不揮発成分（a-1）として、上述の皮膜形成性ポリマーの他に、ワックスを含有することが好ましい。ここで用いられるワックスとしては、動物系のワックス、植物系のワックス、鉱物系のワックス、合成ワックス等から適宜選択して使用することができる。具体的には、カルナウバロウ、ミツロウ、極度水添ホホバ油、ラノリンワックス、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス、常温（25℃）で固体のグリセリド、シリコンワックスなどを例示することができる。

#### 【0016】

これらのワックスのうち、特に高いカールアップ効果を得るとの観点から、針入度8以上のワックスを含有することがより好ましい。ここで、針入度とは、JIS K-2235-5.4に準じて測定したものをいう。すなわち、25°±0.1℃に保ったワックス

の試料に、規定の針（針の質量  $2.5 \pm 0.02$  g、針保持具の質量  $47.5 \pm 0.02$  g、おもりの質量  $50 \pm 0.05$  g）が、5秒間に針入する長さを測定し、その針入距離（mm）を10倍した値を針入度とした。

針入度が8以上のワックスは、（a-1）成分中に、0.1～20質量%の範囲で含有することが好ましい。0.1質量%以上含有することで、まつ毛の十分なカールアップ効果を発揮し、20質量%以下とすることで、まつ毛への塗布時に、良好なのびを得ることができる。塗布時ののびが良好であり、且つ十分なカール効果を有する点で、特に1～15質量%、更に3～10質量%の範囲で含むことが好ましい。

#### 【0017】

本発明では、常温で固体の不揮発成分（a-1）として、さらに平均粒径0.1～20  $\mu\text{m}$ の粉体又はその水分散液を含有することが好ましい。0.1  $\mu\text{m}$ 以上であると塗布時の感触がよく、20  $\mu\text{m}$ 以下であるとダマが発生しにくい。特に、粉体の平均粒径は0.2～10  $\mu\text{m}$ がより好ましい。なお、粉体の平均粒径は、HORIBA社製のLA-920を用いて測定した値である。

また、粉体の形状は、球状、平板状、粒状、針状、棒状、無定形等のいずれであってもよい。

このような粉体としては、例えば無機顔料、有機顔料、無機粉体、有機粉体、パール顔料等が含まれる。

#### 【0018】

具体例としては、無機顔料として、酸化チタン、黒酸化チタン、亜鉛華、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄等；有機顔料として、タール色素等；無機粉体として、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン等の板状無機粉体、シリカ、硫酸バリウム、水酸化アルミニウム、炭酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、炭酸マグネシウム等の球状もしくは不定形無機粉体；有機粉体として、ポリアミド樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリメタクリル酸メチル樹脂、セルロース系樹脂、ポリスチレン樹脂、スチレンとアクリル酸の共重合体、シリコーン樹脂等の有機粉体；パール顔料として、雲母チタン、ベンガラ被覆雲母チタン等が挙げられる。

#### 【0019】

また、上記粉体は、1種を単独で用いても、また2種以上を混合して用いてもよく、ダマを発生させることなく高いカール効果を得るとの観点から、該粉体は、（a-1）成分中に0.1～20質量%含有することが好ましい。0.1質量%以上であると十分なカールアップ効果を発現し、20質量%以下であるとダマが発生しにくい。

#### 【0020】

また、上記粉体を水分散液として用いる場合には、粉体としては水中に分散可能な親水性粉体であってもよいし、疎水性粉体の場合には、水溶性高分子や界面活性剤を用いて水中に分散させたディスパージョンの状態で行うことができる。

具体的には、ポリエチレンジスパーション、シリコーン樹脂ディスパージョン、ポリスチレン樹脂ディスパージョン、ウレタンディスパージョン、ナイロンドイスパージョン等が挙げられる。

ディスパージョンの状態で行う場合の分散剤としては、特に制限はなく、通常、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、カチオン化ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール、カルボキシビニルポリマー、ビニルピロリドン・ビニルアルコール共重合体、ポリメチルビニルエーテル、アラビアガム、グアーガム、キサンタンガム、変性コーンスターチ、デンプン、アルギン酸ナトリウム等の水溶性高分子が挙げられる。これらのうち、粉体の分散性とカール効果の観点から、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルピロリドン、アラビアガム、キサンタンガムが特に好ましい。

#### 【0021】

さらに、（a-1）成分として、上記皮膜形成性ポリマーの他に、本発明の効果を損なわない範囲で、その他の皮膜形成性若しくは皮膜を形成しないポリマーを加えることがで



きる。

#### 【0022】

また、ロングラッシュ効果を付与するために、(a-1)成分として、さらに繊維を含有させることができる。繊維としては木綿、絹、麻等の天然繊維、レーヨン等の再生繊維、ポリアミド、ポリエステル、アクリル樹脂、ポリオレフィン等の合成繊維のいずれを使用してもよいが、強度の点からナイロンなどのポリアミド繊維が好ましい。さらに必要に応じて表面処理を施した繊維を用いてもよい。たとえばシリカ処理、シリコン処理、フッ素化合物処理、金属せっけん処理、油脂処理等の表面処理を施したものを使用できる。また、まつ毛への付着性の点から、該繊維は、横断面の直径が0.1~20 $\mu$ m、長さが0.1~5mmのものが好ましい。この繊維の含有量は十分なロングラッシュ効果が得られる点から、化粧料全量に基づき、0.1~6質量%であることが好ましい。

#### 【0023】

本発明において、常温で液体の不揮発成分(a-2)としては、通常化粧料に使用される液状油及び/又はポリオール類が含まれる。

ここで、常温で液体の不揮発成分とは、常温(25℃)、常圧下において揮発しない液体の油性成分、例えば、軽質イソパラフィン、流動イソパラフィン、流動パラフィン、重質流動イソパラフィンなどの炭化水素系オイル；リンゴ酸ジイソステアリル、イソノナン酸イソトリデシル、ジミリスチン酸グリセリル、ジイソステアリン酸グリセリル、ミリスチン酸・イソステアリン酸グリセリル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、ひまし油、マカデミアンナッツオイル、ホホバ油等のエステルやトリグリセライド類；ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等のシリコン油等が挙げられる。

ポリオール類としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン等が挙げられる。これらのうち、使いやすさの観点から、グリセリン又は1,3-ブチレングリコールが好ましく、ダマの発生を抑制する観点から、1,3-ブチレングリコールが特に好ましい。

また、(a-2)成分には、界面活性剤を配合することができる。界面活性剤としては、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、両親媒性界面活性剤等を単独若しくは組合わせて用いることができ、融点が25℃以下のものが好適に用いられる。

#### 【0024】

本発明においては、上述の(a-1)成分は、不揮発成分(A)中に70質量%以上含有することが必要であり、一方、(a-2)成分は30質量%以下である。(a-1)成分が70質量%以上であると、まつ毛の十分なカール効果が得られる。

#### 【0025】

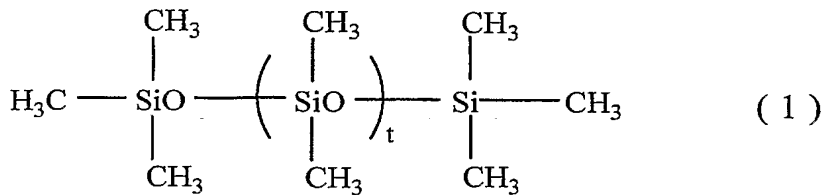
また本発明の化粧料は、揮発成分(B)を、全化粧料中に30質量%以上含有することが必要である。

ここで、揮発成分とは、常温(25℃)、常圧下で40Pa以上の蒸気圧を有する化合物をいい、例えば、水、低級アルコール、揮発性炭化水素油、揮発性シリコン等が挙げられる。

低級アルコールとしては、炭素数1~4のアルコール類が含まれ、例えばエタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブチルアルコール、イソブチルアルコール等が挙げられる。揮発性炭化水素油としては、炭素数8~16の炭化水素油、特に石油由来のイソパラフィン(軽質イソパラフィン)、イソドデカン(2,2,4,4,6-ペンタメチルヘプタン)等が挙げられる。また、揮発性シリコンとしては、下記一般式(1)若しくは(2)の直鎖または環状シリコンのうち揮発性のものが挙げられる。

#### 【0026】

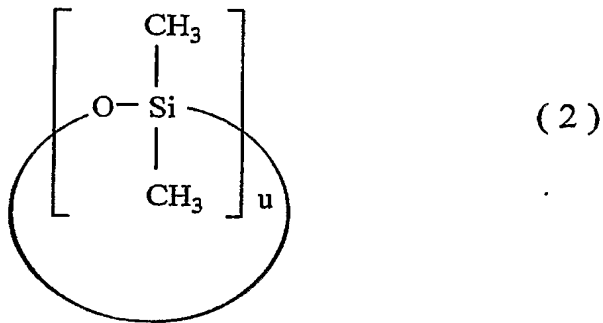
## 【化1】



(式中、t は 0 ～ 3 の整数を表す)

## 【0027】

## 【化2】



## 【0028】

(式中、u は 3 ～ 7 の整数を表す) で表されるシリコン油等が例示される。  
 具体的にはオクタメチルトリシロキサン、デカメチルトetraシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン等が挙げられる。

これらの揮発成分は、1 種を単独で使用してもよいし、2 種以上を混合して用いることもできる。揮発成分の含有量は 30 質量% 以上であるが、特に揮発性溶媒中に水を含むことが好ましい。さらに、水以外の揮発性溶媒の配合量は 0.5 ～ 20 質量% が好ましく、炭素数 1 ～ 4 の低級アルコール、特に取り扱いやすさの観点から、エタノールを用いることが好ましい。

## 【0029】

本発明のまつ毛用化粧料は、揮発成分 (B) として、水を用いた水中油型乳化系 (O/W)、油中水型乳化系 (W/O)、また揮発性成分として水以外の液状成分のみを用いたもののいずれをも包含するものである。これらのうち、ダマが発生することなくカールアップ効果を向上させる観点から、揮発成分 (B) として水を含む系、特に水および炭素数 1 ～ 4 の低級アルコールを含む系が好ましく、これらを用いた水中油型乳化系 (O/W) が最も好ましい。

## 【0030】

また、本発明のまつ毛用化粧料は、幅 2 cm、長さ 5 cm、厚さ 75 μm のポリエチレンテレフタレートフィルムの、幅方向の中心部に 4 mm 幅で、長さ方向に 0.4 g 塗布し、23℃、相対湿度 60% の条件下で 3 時間乾燥することにより、該ポリエチレンテレフタレートフィルムの屈曲角度が 5 度以上を示すものが好ましく、さらには、該屈曲角度が 10 度以上、特に 15 度以上を示すものが好ましい。

## 【0031】

本発明のまつ毛用化粧料には、上記の成分に加え、目的に応じて本発明の効果をそこない範囲において、化粧効果を付与するために通常化粧品に配合される成分、例えば増粘剤、紫外線吸収剤、紫外線散乱剤、保湿剤、酸化防止剤、香料、防腐剤等を 1 種又は 2 種以上含むことができる。

## 【0032】

また、本発明のまつ毛用化粧料は、温度 25℃における粘度が 100～2000 Pa・s であることが好ましい。該粘度が上記範囲にあれば、まつ毛への付着性が良く、かつ仕上がりが良好であると共に、製造も容易である。より好ましい粘度は 150～1000 Pa・s である。

#### 【0033】

本発明のまつ毛用化粧料は、一般に用いられる製造方法、例えば前述の各成分を均一に混合し攪拌することにより調製することができる。

#### 【0034】

本発明のまつ毛用化粧料は、まつ毛のメイクアップ用として、具体的にはマスカラとして用いられるものであるが、眉毛のメイクアップ用として、マユカラとしても好適に使用し得る。また、着色顔料を含有したものだけでなく、いわゆるまつ毛用下地剤もしくはトップコートとして使用することもできる。

#### 【0035】

本発明のメイクアップ化粧料の使用方法としては、通常マスカラの使用に用いられるブラシ等を用いてまつ毛に塗布してもよいが、特にまつ毛上面への付着量を多くすることで更に良好なカールを得ることができる。例えば、通常のマスカラ用塗布具であるブラシ、コーム状塗布具、コイル状塗布具や刷毛、フロッキー、棒状塗布具、ヘラ状塗布具等を用いてまつ毛の上から塗布する、もしくは下から繰り返し塗布することでまつ毛上面への塗布量が下面と比較して多くなるため、良好なカール効果が得られる。

#### 【実施例】

#### 【0036】

製造例 1 (ポリメタクリル酸の製造)

ガラス製反応容器にメタクリル酸 (和光純薬) 300 g、エタノール 1.5 L、V-65 (和光純薬、開始剤) 1.73 g を入れ、65℃で 4 時間重合した。得られたポリマー溶液を、アセトン 20 L に滴下し、再沈殿を行った。沈殿物を回収し、減圧下、65℃で 12 時間以上乾燥し、ポリメタクリル酸 (PMAA) を得た。分子量はゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) 法により測定した結果、ポリエチレングリコール換算値で 18 万であった。また、ポリメタクリル酸の皮膜硬度が鉛筆硬度 2B となった時から、完全に乾燥するまでの質量減少率 ( $\Delta W$ ) は、21 質量%であった。なお、ポリメタクリル酸は水酸化ナトリウムを用いて pH 6 に調整した。

#### 【0037】

(1) カールの評価

長さ 1 cm の毛髪を 3 本とり、水平に固定する。この毛髪に表 1 のマスカラ組成物を 10 回塗布し、水平面からの毛髪の反り角度を測定した。測定は 3 回行ない、平均値を反り角度として下記基準で評価した。

- ◎: 20 度以上
- : 15～19 度
- △: 10～14 度
- ×: 9 度以下

#### 【0038】

(2) ダマの評価

調製したマスカラ組成物をテスト用付けまつ毛にブラシで塗布した場合のダマ発生状態を目視で評価し、下記判定を行った。

- ◎: ダマができない
- : ダマが僅かにできるが仕上がりに大きな影響はない
- △: ダマが僅かにできて仕上がりに影響がある
- ×: ダマができる

#### 【0039】

(3) 収縮性の評価

スライドガラスにテープで片面を固定した 2×5 cm のポリエチレンテレフタレート (

PET) フィルム (フィルム厚さ  $75\ \mu\text{m}$ ) の、幅方向の中心部に  $4\ \text{mm}$  幅で、長さ方向に帯状に化粧料を  $0.4\ \text{g}$  塗布し、 $23^\circ\text{C}$ 、相対湿度  $60\%$  の条件下で乾燥し、3 時間後のフィルムの屈曲角度を、分度器を用いて測定した。屈曲角度が大きいほど、収縮性が高く、良好であることを示す。使用した PET フィルムは、商品名「メチネックス S」(フィルム厚さ  $75\ \mu\text{m}$ ) (帝人デュポン (株)) であり、1 サンプルにつき 3 点測定し、その平均値を屈曲角度とし、下記基準で評価した。

◎:  $15$  度以上

○:  $10 \sim 14$  度

△:  $5 \sim 9$  度

×:  $5$  度未満

#### 【0040】

実施例 1～5 及び比較例 1～4

第 1 表に示す組成の各成分を均一攪拌混合することにより、実施例 1～5、及び比較例 1～4 のマスカラ組成物を調製した。各組成物の粘度は、いずれも温度  $25^\circ\text{C}$  において  $100 \sim 2000\ \text{Pa} \cdot \text{s}$  の範囲であった。

各実施例及び比較例のマスカラ組成物について、カールの評価及びダマの評価を、以下に示す方法に従って実施した。その結果を第 1 表に示す。

#### 【0041】

本発明の実施例 1～5 のマスカラはダマの発生が生じず十分なカール効果を呈した。これに対し、皮膜形成性ホ<sup>○</sup>リマーを使用しない比較例 1、収縮性の小さい皮膜形成性ホ<sup>○</sup>リマーを使用した比較例 2 および 3 にはいずれもカール効果、ダマ発生の抑制効果がなく、不揮発成分中の収縮性ホ<sup>○</sup>リマーの比率が小さい比較例 4 は、マスカラ未使用に対してわずかなカール効果しか認められなかった。

#### 【0042】

【表1】

第1表-1

		実施例					
		1	2	3	4	5	
(A)不揮 発成分	(a-1) 成分	PMAA * <sup>1</sup> (ΔW=21質量%)	5	5	5	5	—
		PNaSS * <sup>2</sup> (ΔW=17質量%)	—	—	—	—	5
		小麦タンパク加水分解物 * <sup>3</sup> (ΔW=1質量%)	—	—	—	—	—
		スルホイソフレート共重合体 * <sup>4</sup> (ΔW=11質量%)	—	—	—	—	—
		ヒドロキシエチルセルロース * <sup>5</sup> (ΔW=1質量%)	—	—	—	—	—
		カルナウバロウ * <sup>6</sup>	3	3	3	3	3
		ミツロウ * <sup>7</sup>	—	—	7	7	7
		極度水添ホバ油 * <sup>8</sup>	6	6	6	6	6
		マイクロクリスタリンワックス * <sup>9</sup>	—	—	3	3	3
		パラフィンワックス * <sup>10</sup>	9	9	4	4	4
		ヘニールアルコール	1	1	1	1	1
		ステアリン酸	2	2	2	2	2
		ポリビニールアルコール * <sup>11</sup>	5	5	5	5	5
		ポリエチレン粉末水分散液 * <sup>12</sup>	—	2	2	2	2
		黒酸化鉄	—	8	8	8	8
		シリカ * <sup>13</sup>	—	3	3	3	3
		タルク * <sup>14</sup>	—	1	1	1	1
		ナイロン繊維 * <sup>15</sup>	1	1	1	1	1
		防腐剤(メチルパラベン)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
		(a-2) 成分	1,3-ブチレングリコール	5	5	5	5
		グリセリン	—	—	—	—	—
		モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリン * <sup>16</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
(B)揮発成分		2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール(AMP)	1	1	1	1	1
		エタノール	—	—	—	5	5
		精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
合計		100	100	100	100	100	
不揮発分量((A)成分)		37.7	50.7	55.7	55.7	52.7	
((a-1)成分/(A)成分)×100		85	89	90	90	90	
カールの評価		15	19	20<	20<	20<	
ダマの評価		○	○	○	◎	◎	
バルクの収縮性(屈曲角度)		22	28	30	35	34	

【0043】

【表 2】

第1表-2

			比較例			
			1	2	3	4
(A)不揮発成分	(a-1)成分	PMAA <sup>*1</sup> (ΔW=21質量%)	—	—	—	—
		PNaSS <sup>*2</sup> (ΔW=17質量%)	—	—	—	5
		小麦タンパク加水分解物 <sup>*3</sup> (ΔW=1質量%)	—	5	—	—
		スルホイソフタレート共重合体 <sup>*4</sup> (ΔW=11質量%)	—	—	5	—
		ヒドロキシエチルセルローズ <sup>*5</sup> (ΔW=1質量%)	5	—	—	—
		カルナウバロウ <sup>*6</sup>	3	3	3	3
		ミツロウ <sup>*7</sup>	7	7	7	7
		極度水添ホホバ油 <sup>*8</sup>	6	6	6	6
		マイクロクリスタリンワックス <sup>*9</sup>	3	3	3	3
		パラフィンワックス <sup>*10</sup>	4	4	4	4
		ベヘニルアルコール	1	1	1	1
		ステアリン酸	2	2	2	2
		ポリビニルアルコール <sup>*11</sup>	5	5	5	5
		ポリエチレン粉末水分散液 <sup>*12</sup>	2	2	2	2
		黒酸化鉄	8	8	8	8
		シリカ <sup>*13</sup>	3	3	3	3
		タルク <sup>*14</sup>	1	1	1	1
		ナイロン繊維 <sup>*15</sup>	1	1	1	1
		防腐剤(メチルパラベン)	0.2	0.2	0.2	0.2
		(a-2)成分	1,3-ブチレングリコール	5	5	5
	グリセリン		—	—	—	20
	モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリン <sup>*16</sup>		0.5	0.5	0.5	0.5
(B)揮発成分	2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール(AMP)		1	1	1	1
	エタノール		—	—	—	5
	精製水		バランス	バランス	バランス	バランス
合計			100	100	100	100
不揮発分量			52.7	48.95	52.7	79.7
((a-1)成分/(A)成分)×100			90	89	90	51
カールの評価			2	4	5	10
ダマの評価			×	×	×	×
バルクの収縮性(屈曲角度)			0	0	3	10

【0044】

[注]

(\*1) 製造例1で製造したポリメタクリル酸

(\*2) ポリスチレンスルホン酸ナトリウム; 「PS-35」(東ソー(株))、重量平均分子量35万、ポリマー占有分変化率(ΔW)17質量%

(\*3) 小麦タンパク加水分解物; 「TRITISOL(固形分25%)」(クロージャパン(株))、ポリマー占有分変化率(ΔW)1質量%

- (\*4) スルホイソフタレート共重合体; 「EASTMAN AQ-55S」 (Eastman社)、ポリマー占有分変化率 ( $\Delta W$ ) 11 質量%
- (\*5) ヒドロキシエチルセルロース; 「QP-100」 (ユニオンカーバイド社)、ポリマー占有分変化率 ( $\Delta W$ ) 1 質量%
- (\*6) カルナウバロウ; 「精製カルナウバワックスNo.1」 ((株) セラリカ野田)、針入度 1 以下
- (\*7) ミツロウ; 「BEES WAX-S」 (クローダジャパン (株))、針入度 18
- (\*8) 極度水添ホホバ油; (香栄興業 (株))、針入度 1
- (\*9) マイクロクリスタリンワックス; 「マルチワックスW-445」 (Witco社)、針入度 34
- (\*10) パラフィンワックス; 「HNP-9」 (日本精蠟 (株))、針入度 7
- (\*11) ポリビニルアルコール; 「ゴーセノールEG-30」 (日本合成化学 (株))、ポリマー占有分変化率 ( $\Delta W$ ) 7 質量%
- (\*12) ポリエチレン粉末水分散液; 「Hydrocer100 (固形分 50%)」 (シャムロック社)
- (\*13) シリカ; 「サンスフェアL31」、(旭硝子 (株))
- (\*14) タルク; 「タルクJA-46R」 (浅田製粉 (株))
- (\*15) ナイロン繊維; 長さ: 2mm、太さ: 6.7T (ユニチカ (株))
- (\*16) モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリン; 「ニッコールTMGS-15」 (ニッコーケミカル (株))

## 【0045】

(まつ毛を使用したカール評価)

実施例4 及び比較例1で調製したマスカラを、ブラシでまつ毛に上から10回塗布した場合と、下から10回塗布した場合の乾燥後のカール状態を評価した。カールアップの評価方法は、上記と同様である。結果を第2表に示す。

## 【0046】

## 【表3】

第2表

	カールアップ効果	
	上から10回塗布	下から10回塗布
実施例4	◎	○
比較例1	×	×

## 【産業上の利用可能性】

## 【0047】

本発明の化粧料は、まつ毛用のメイクアップ用として、具体的にはマスカラ、として好適に用いられる。使用時にダマが発生することなく、まつ毛に良好なカール効果を与えることができる。

## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 使用時にダマが発生することなく、まつ毛に良好なカール効果を与える化粧料を提供すること。

【解決手段】 不揮発成分 (A) を 10 質量%以上、および揮発成分 (B) を 30 質量%以上含有し、成分 (A) 中に下記 (i) 及び (ii) の特性を有する皮膜形成性ポリマーを含有する常温で固体の不揮発成分を 70 質量%以上と、常温で液体の不揮発成分を 30 質量%以下含み、かつ前記皮膜形成性ポリマーを全化粧料中に 0.5～15 質量%以上含有するまつ毛用化粧料である。

(i) 成膜試験において、皮膜硬度が鉛筆硬度 2B となった時から、完全に乾燥するまでのポリマー占有分変化率 ( $\Delta W$ ) が 13 質量%以上である。

(ii) 重量平均分子量が 5 千～200 万である。

【選択図】 なし



特願 2 0 0 4 - 0 8 1 3 2 8

ページ : 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 0 9 1 8 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号

氏 名

花王株式会社